

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-064698

(43)Date of publication of application : 12.04.1984

(51)Int.Cl.

C10M 7/02

B21C 23/32

B21J 3/00

(21)Application number : 57-174493

(71)Applicant : AGENCY OF IND SCIENCE & TECHNOL

HANANO SHOJI KK

TAIHEI KAGAKU SANGYO KK

GOSEI KAGAKU KENKYUSHO:KK

(22)Date of filing : 06.10.1982

(72)Inventor : EGUCHI KIYOHISA

KITAMURA NORIO

OTA JIYOUJI

OKAMURA KOSHIN

YAMADA SEIJI

(54) DIE LUBRICANT FOR FORGING AND SWAGING

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the titled die lubricant which consists of phosphoric acid (salt), boric acid (salt), salt or hydroxide of alkali metal and laminar silicate in specified proportions and exhibits excellent lubricating and release properties.

CONSTITUTION: A water-soluble glass (A) is prepared by mixing 14W50mol% (as P₂O₃) phosphoric acid (salt), 0W80mol% (as B₂O₃) boric acid (salt) and 30W 80mol [as M₂O (M is alkali metal)] at least one compd. selected from among carbonate, nitrate, sulfate and hydroxide of alkali metal (e.g. Na₂CO₃) and melting the mixture followed by quenching. For applications where the lubricity is important, 91W99.5wt% (A) is mixed with 9W0.5 laminar silicate (B) (e.g. white mica) and for applications where importance is attached to the releasability 0.5W39wt% (A) is mixed with 99.5W61wt% (B).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—64698

⑬ Int. Cl.³
C 10 M 7/02
B 21 C 23/32
B 21 J 3/00

識別記号

庁内整理番号
2115—4H
6813—4E
7139—4E

⑭ 公開 昭和59年(1984)4月12日
発明の数 2
審査請求 有

(全 8 頁)

⑮ 鍛造および押出加工用離型潤滑剤

豊橋市高師町字西沢113—6 高師寮

⑯ 特 願 昭57—174493
⑰ 出 願 昭57(1982)10月6日
⑱ 発 明 者 江口清久
川西市清和台西2丁目1—71
⑲ 発 明 者 北村憲男
伊丹市松ヶ丘1丁目8番地
⑳ 発 明 者 太田襄二
生駒市一分町1465—16番地
㉑ 発 明 者 岡村光真
柏市逆井40—108
㉒ 発 明 者 山田清二

⑳ 出 願 人 工業技術院長
㉓ 復 代 理 人 弁理士 小川信一 外2名
㉔ 出 願 人 花野商事株式会社
神戸市兵庫区浜中町2丁目5番19号
㉕ 出 願 人 太平化学産業株式会社
大阪市東区高麗橋詰町18番地
㉖ 出 願 人 株式会社合成化学研究所
東京都千代田区四番町5番地9
㉗ 代 理 人 弁理士 小川信一 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

鍛造および押出加工用離型潤滑剤

2. 特許請求の範囲

1. (イ) リン酸およびその塩から選ばれた少なくとも一つの化合物、

(ロ) ホウ酸およびその塩から選ばれた少なくとも一つの化合物、

(ハ) アルカリ金属の炭酸塩、硝酸塩、硫酸塩および水酸化物から選ばれた少なくとも一つの化合物、および

(ニ) 層状ケイ酸塩

を混合してなり、上記(イ)～(ハ)の化合物が酸化物換算で夫々、 P_2O_5 14～55モル％、 B_2O_3 0～80モル％、 M_2O (Mはアルカリ金属) 30～80モル％であると共に、これら化合物の合計量の、固形分中の割合が91～99.5重量％または0.5～39重量％であることを特徴とする鍛造および押出加工用離型潤滑剤。

2. (イ) リン酸およびその塩から選ばれた少なく

とも一つの化合物、

(ロ) ホウ酸およびその塩から選ばれた少なくとも一つの化合物、

(ハ) アルカリ金属の炭酸塩、硝酸塩、硫酸塩および水酸化物から選ばれた少なくとも一つの化合物、および

(ニ) 層状ケイ酸塩

を混合してなり、上記(イ)～(ハ)の化合物が酸化物換算で夫々、 P_2O_5 14～39.5モル％、 B_2O_3 0～80モル％、 M_2O (Mはアルカリ金属) 30～80モル％であると共に、これら化合物の合計量の、固形分中の割合が39重量％を超え91重量％未満であることを特徴とする鍛造および押出加工用離型潤滑剤。

3. 発明の詳細な説明

本発明は優れた離型特性を有する鍛造および押出加工用潤滑剤に関する。

従来、鍛造または押出加工用潤滑剤としては、(イ)鉱物油、(ロ)鉱物油と黒鉛の混合物、(ハ)黒鉛と水との混合物が知られている。

しかしながら(イ)および(ロ)は熱間加工工程で発煙したり発火するなど環境面で問題があるばかりでなく、離型性、潤滑性で十分とは云えず、(ハ)は粉塵の発生など環境面での問題点が未解決のままである。

一方、 P_2O_5 、 B_2O_3 および M_2O （ただし、Mはアルカリ金属）を含有する水溶性ガラスと、雲母のような層状ケイ酸塩とからなる潤滑剤も提案されている。

しかしながらこの潤滑剤は、鍛造または押出加工において潤滑性と離型性がうまくバランスするように調整されており、潤滑性、離型性のどちらか一方を特に重視し、その他の性質を犠牲にした用途においては、潤滑不良を起したり、離型不足のために、極端な場合、焼付を生ずるなどの欠点があつた。

そこで本発明は、かかる従来の欠点を解消すべくなされたものであり、潤滑性を特に重視する場合にも十分な潤滑性を発揮し、製品の伸びも優れており、また離型性を特に重視する場合

でも優れた離型性を発揮し、焼付を生じないなどの優れた特性を示し、かつ熱間においても発煙や粉塵を全く生ずることがなく、作業面および環境面における従来の欠点を解消することができるなどの特長を生ずるものである。

すなわち本第1の発明の鍛造および押出加工用離型潤滑剤は、(イ)リン酸およびその塩から選ばれた少なくとも一つの化合物、(ロ)ホウ酸およびその塩から選ばれた少なくとも一つの化合物、(ハ)アルカリ金属の炭酸塩、硝酸塩、硫酸塩および水酸化物から選ばれた少なくとも一つの化合物、および(ニ)層状ケイ酸塩を混合してなり、上記(イ)～(ロ)の化合物が酸化物換算で夫々、 P_2O_5 14～55モル％、 B_2O_3 0～80モル％、 M_2O （Mはアルカリ金属）30～80モル％であると共に、これら化合物の合計量の、固形分中の割合が91～99.5重量％または0.5～39重量％であることを特徴とするものである。

また本第2の発明の鍛造および押出加工用離型潤滑剤は、上記(イ)、(ロ)、(ハ)および(ニ)の化合物

を混合してなり、上記(イ)～(ロ)の化合物が酸化物換算で夫々、 P_2O_5 14～39.5モル％、 B_2O_3 0～80モル％、 M_2O （Mはアルカリ金属）30～80モル％であると共に、これら化合物の合計量の、固形分中の割合が39重量％を超え91重量％未満であることを特徴とするものである。

本第1発明において使用される水溶性ガラスは、酸化物換算で P_2O_5 が14～55モル％、好ましくは30～40モル％、 B_2O_3 0～80モル％、好ましくは3～7モル％および30～65モル％であり、 M_2O （ただし、Mはアルカリ金属を表わす。以下同様である。）30～80モル％、好ましくは40～60モル％である。

また本第2発明においては、 P_2O_5 14～39.5モル％、好ましくは14～20モル％、 B_2O_3 0～80モル％、好ましくは30～65モル％であり、 M_2O 30～80モル％、好ましくは40～60モル％である。

これら水溶性の塩類またはガラスは、鍛造もしくは押出加工時の200～1300℃程度の温度に

おいて、層状ケイ酸塩との混合状態で優れた潤滑性と離型性を発揮するものである。

本第1の発明において、 P_2O_5 が14モル％に満たないと、水に不溶性になつたり、懸濁液がアルカリ性になつたり、金型に付着しにくくなり、55モル％を超えると、水溶液が著るしく酸性となり、金型および素材を侵食する原因となる。また、 B_2O_3 が80モル％を超えると、水溶液中の B_2O_3 成分が遊離し、沈殿する。 M_2O が30モル％に満たないと、水溶液が酸性となつて金型および素材を侵食する。80モル％を超えると、水溶液がアルカリ性になつて素材および金型を侵食する。

また本第2の発明においては、 P_2O_5 が39.5モル％を超えると粘性が上昇して潤滑性を特に重視する用途には不適當である。

その他、上述した範囲に満たなかつたり、あるいは越えたりした場合には、上記と同様の好ましくない結果をもたらす。

これら水溶性塩類またはガラスの製造に使用

される原料としては、この分野で通常使用されているものを、広く使用することができる。

すなわち P_2O_5 源としては、たとえばリン酸や第一リン酸ナトリウム、第一リン酸カリウム、メタリン酸ナトリウム、第二リン酸ナトリウム、第二リン酸カリウム、縮合リン酸ナトリウム、縮合リン酸カリウムなどのリン酸塩が用いられる。

B_2O_3 源としては、たとえばホウ酸、ホウ酸ナトリウム、ホウ酸カリウムなどのホウ酸塩を用いることができる。

また、 M_2O 源としては、たとえば炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ金属の炭酸塩、硝酸塩、硫酸塩、水酸化物などが用いられる。

これら各化合物は、粉末状であつても良いし、水に溶解したり、懸濁した状態でも用いることができる。

F_2 }, リチウムまたはナトリウムヘクトライト $\{Li\frac{1}{2}$ または $Na\frac{1}{2} Mg\frac{2}{3} Li\frac{1}{3} (Si_4O_{10})F_2\}$ などを挙げることができる。

本発明においては、上記したような P_2O_5 源、 B_2O_3 源および M_2O 源となる化合物と層状ケイ酸塩とを混合するのであるが、 P_2O_5 源、 B_2O_3 源および M_2O 源となる化合物が酸化物換算で上述したようなモル分の範囲であると同時に、これら化合物の合計量の固形分中の割合が、本第1発明においては、潤滑性を重視する用途では 91 ~ 99.5 重量%、離型性を重視する用途では 0.5 ~ 39 重量%であり、好ましくは 95 ~ 99.5 重量%または 0.5 ~ 20 重量%である。

上記割合が 91 重量%に満たないと、潤滑性を特に重視する場合に潤滑性が不足して製品の伸びが悪くなり、また 99.5 重量%を超えると、複雑な型ではガラスが凹みにたまり、これにスケールが付着して製品に欠肉を生ずる。

また、0.5 重量%に満たないと、潤滑性がほとんどなくなり、潤滑剤としての効果がなくな

次に本第1および第2発明において使用される層状ケイ酸塩としては、天然の層状ケイ酸塩ばかりでなく、合成層状ケイ酸塩を挙げることができる。

天然層状ケイ酸塩としては、たとえば白雲母 $[KA_2(A_2Si_2O_{10})(OH)_2]$ 、ソーダ雲母 $[NaA_2(A_2Si_2O_{10})(OH)_2]$ 、金雲母 $[KMg_3(A_2Si_2O_{10})(OH)_2]$ 、黒雲母 $[K(Mg, Fe)_3(A_2Si_2O_{10})(OH)_2]$ 、鱗雲母 $[KLi_2Ag(Si_4O_{10})(OH)_2]$ 、チンワルド雲母 $[KLiFeA_2(A_2Si_2O_{10})(OH)_2]$ 、真珠雲母 $[CaA_2(A_2Si_2O_{10})(OH)_2]$ 等の各種雲母、カオリナイト、ハロイサイト、モンモリロナイト、パーミュキュライト、イライト、葉ロウ石、滑石、ベントナイト等が用いられる。

また、合成層状ケイ酸塩としても、現在知られている各種のものを使用することができ、たとえば特公昭 52-44758 号、特公昭 53-29320 号、特公昭 53-20959 号に記載のリチウムテオライト $[LiMg_2Li(X_4O_{10})F_2]$ ($X=Si, Ge$)、ナトリウムテトラシリンクマイカ $[NaMg_{2.5}(Si_4O_{10})$

る。

また 39 重量%を超えると、離型性を特に重視した用途では離型性が不足して、極端な場合、焼付が生ずる場合もある。

かかる本第1発明における固形分中の層状ケイ酸塩の割合は 0.5 ~ 9 重量%、または 61 ~ 99.5 重量%となる。

また本第2発明においては、 P_2O_5 源、 B_2O_3 源および M_2O 源となる化合物が上述したようなモル分の範囲であると同時に、これら化合物の合計量の固形分中の割合が 39 重量%を超え 91 重量%未満、好ましくは 40 ~ 70 重量%である。39 重量%を超えないと潤滑性が不足する。また、91 重量%を超えると離型性が不足して極端な場合焼付を生ずる。層状ケイ酸塩の固形分中の割合は、9 重量%未満、61 重量%を超える範囲である。

本発明の潤滑剤は、粉末混合状であつても、水や他の溶媒と混合し希釈して使用することもできる。しかし通常は、10 ~ 25 % の水懸濁液

とし、そのまま、または更に50倍迄に希釈して用いられる。

以上述べたように、本第1発明によれば、酸化物換算で P_2O_5 を14～55モル％とし、 B_2O_3 および M_2O を上述のモル％の範囲とし、かつこれら化合物の合計量の固形分中の割合が91～99.5重量％、または0.5～39重量％とすることによつて、また本第2発明によれば P_2O_5 を14～39.5モル％とし、 B_2O_3 および M_2O を上述のモル％の範囲とし、かつこれら化合物の合計量の固形分中の割合が39重量％を越え91重量％未満としたことによつて、下記のような効果を奏することができる。

(1) 熱間加工工程で発煙したり、発火することが全くない。従つて環境面や作業性を従来のように鉱物油を使用する場合に比較して著るしく改善することができる。

(2) 潤滑油の堆積にもとづく欠肉や焼付を生づることが全くなく、潤滑性と共に優れた離型特性を発揮することができる。この結果、従来

の環境面、作業面の欠点を解消することができる。

(3) 本第1、第2発明は、いづれも従来に比べて P_2O_5 、 B_2O_3 および M_2O を含んだ化合物の組成範囲が著るしく広いので、適用できる素材金属および加工方法の種類を飛躍的に拡大させることができる。

(4) また従来の方法で得られた潤滑剤は、潤滑性と離型性とがバランスしているが、本第1の発明は酸化物換算で P_2O_5 、 B_2O_3 、および M_2O を前述のモル％含んだ化合物の塩またはガラスの合計量の固形分中の割合が91～99.5重量％、あるいは0.5～39重量％になるように調整しているので潤滑性あるいは離型性のいずれか一方を特に重視する用途に適するように特性を改善することができる。

以下、実施例にもとづき本発明を更に具体的に説明する。

実施例1～6

酸化物換算で P_2O_5 、 B_2O_3 および Na_2O または

K_2O が下記第1表に示すモル％および固形分割合の重量％になるように、原料化合物として、リン酸ナトリウム、ホウ酸、水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウムを混合し、これを100℃で30分間加熱、熔融して鉄板上で急冷した。得られたガラスまたは結晶を20重量％水溶液にした。これに第1表に示す固形分割合の重量％で層状ケイ酸塩を混合し、上記ガラス水溶液に懸濁せしめて、試料1～6の懸濁液を調整した。これら懸濁液を20％に求取したものを潤滑剤として用い、押出プレスによる性能試験を行なつた。結果を比較例と共に下記第1表に示す。

試験条件

押出機種：宇部押出機 1500 \times 6"，2350 \times 8 $\frac{1}{2}$ "

型 温：ダミー380℃ コンテナ400～450℃

材 質：アルミ合金 6063

品 名：アルミサツシ

材料加熱温度：500℃

加工 温 度：450～480℃

第 1 表

混 合 化 合 物	実 施 例 (※ 1)						比較例 1	比較例 2
合 成 炭 母 (※ 1)		100	100			200		100
相 炭 母 (※ 2)	200				200			
ベントナイト				200			100	
P ₂ O ₅ 83.8 モル%, Na ₂ O 88.7 モル%					20			
P ₂ O ₅ 26.5 モル%, Na ₂ O 67.5 モル%, B ₂ O ₃ 6 モル%	10			20				
P ₂ O ₅ 21.8 モル%, K ₂ O 64.2 モル%, B ₂ O ₃ 14.5 モル%			50					
P ₂ O ₅ 14 モル%, K ₂ O 21 モル%, B ₂ O ₃ 65 モル%		80						
P ₂ O ₅ 41.2 モル%, K ₂ O 12.5 モル%, Na ₂ O 89.3 モル%, B ₂ O ₃ 7 モル%						10	100	250

* 1) 組成は Na_{0.6~0.8} Mg_{2.8~2.7} (Si₄O₁₀) F₂ である。

* 2) 組成は KAlF₂ (4/11 Si₂O₁₀) (OH)₂ である。

* 3) 数字は各成分の重量部を示す。

試験方法、結果。

第 1 表に示した実施例 1～6 および比較例 1、2 の組成潤滑剤（懸濁液）をスプレーで金型に塗布し、ハリツキ、欠肉、潤滑性および離型性を測定した。この結果、潤滑性では比較例 1 > 比較例 2 >> 実施例 2 > 実施例 3 > 実施例 4 > 実施例 1 > 実施例 6 > 実施例 5 の順であり、離型性では実施例 1 > 実施例 4 > 実施例 3 > 実施例 2 > 実施例 6 > 実施例 5 >> 比較例 1 > 比較例 2 の順であつた。なお測定方法は下記のとおりである。

潤滑性：製品の伸び、すじ、コート部の形状、錆バリ。

離型性：塗布回数、はり付き、ダミーブロックのはなれ。

このように実施例 1～6 では離型性が特に優れており、たとえば実施例 1 では 5 回の押出しで良かつたが、比較例 1 では毎回塗布が必要であり、比較例 2 では、はり付きを生ずなどの欠点があつた。

実施例 7～9

下記第 2 表に示す組成の潤滑剤水溶液について、下記条件により潤滑性、離型性を検討した。

試験条件

機 種 : オイムコ 3150 レプレス

製 品 : コンロッド

材質加熱温度 : 1000 ～ 1100 °C

加工温度 : 900 ～ 1000 °C

型 温 度 : 170 ～ 220 °C

材 質 : S-55C

潤滑剤希釈率 : 25 倍

結果。

潤滑性は比較例 3 > 実施例 7 > 実施例 8 > 実施例 9 > 比較例 5 > 比較例 4 の順であつた。また離型性は比較例 4 > 比較例 5 > 実施例 9 > 実施例 8 > 実施例 7 >> 比較例 3 の順となつた。

(本頁以下余白)

第 2 表

混 合 化 合 物	実 施 例 7	実 施 例 8	実 施 例 9	比 較 例 3	比 較 例 4	比 較 例 5
合 成 雲 母 *1)	2.5					
絹 雲 母 *2)		5			80	
ペントナイト			8			8
P ₂ O ₅ 41モル%, Na ₂ O 80モル%, K ₂ O 22モル%, P ₂ O ₃ 7モル%	95	90	90	100	70	
P ₂ O ₅ 60モル%, K ₂ O 80モル%, B ₂ O ₃ 10モル%						90
水	908	885	882	900	900	882

*1) ~ *3) は第 1 表と同様である。

これらの結果から潤滑性では比較例 3 が優れているが、離型性が全くないので離型性を要求する用途には使用できないことが明らかである。一方、実用できるものの中では、実施例 7, 8, 9 が潤滑性、離型性いづれも優れていることがわかる。

実施例 10, 11

下記第 3 表に示す組成の潤滑剤を 10 分の懸濁液にして下記条件で性能試験を行なった。

試験条件

機 種 : ドロップマシン 8 号
 製 品 : ブローア用羽根 (450×100×5 mm)
 材料加熱温度 : 1000℃
 金型温度 : 170℃
 材 質 : SKT-4
 塗布法 : 原液刷毛塗り

この試験では金型温度が低く、実施例 10, 11 の組成の潤滑剤を使用することによつて付着性が改善され、潤滑、離型性も良好であつた。しかし比較例 6, 7 は粘度が高いため金型への付

着が悪く、しかも潤滑性が著るしく劣化し、張付きが生じた。

(本頁以下余白)

第 3 表

混 合 化 合 物	実 施 例 16 * 3)	実 施 例 10	実 施 例 11	比 較 例 6	比 較 例 7
合 成 螢 母 * 1)		100		100	100
絹 螢 母 * 2)					
ベントナイト			100		
P ₂ O ₅ 42モル%, Na ₂ O 29モル%, K ₂ O 29モル%		160			
P ₂ O ₅ 37モル%, Na ₂ O 27モル%, K ₂ O 84モル%, B ₂ O ₃ 2モル%			100		
P ₂ O ₅ 41.2モル%, Na ₂ O 51.8モル%, B ₂ O ₃ 7モル%				160	
P ₂ O ₅ 41.2モル%, K ₂ O 12.5モル%, Na ₂ O 39.8モル%, B ₂ O ₃ 7モル%					100

* 1), * 2), * 8) は第 1 表と同様である。

実施例 12, 13

下記第 4 表に示した組成の潤滑剤の 10 重量
液について、下記のように性能試験を行なった。

試験条件

機 種 : 字部 1800 等複動式押出プレス

製 品 : バイブ

材料加熱温度 : 900 ~ 950 °C

加工温度 : 850 °C

材 質 : 銅合金 (64 - 36)

ピレット寸法 : 185 φ × 500 L

押出管寸法 : 71 φ × 60.55 φ × L

塗布法 : 原液をマンドレル・コンテナ内部、
ダイスにスプレーした。

試験結果

実施例 12, 13 とともに製品表面の発泡、ベア
リング面の焼付、および表面のきずがなかった。
しかしながら、比較例 6, 7 では製品の押出方
向に表面のきず、および焼付が発生した。また
製品 2 本目から製品表面の気泡が発生して使用
不能となった。

第 4 表

混 合 化 合 物	実 施 例 16 * 3)	実 施 例 12	実 施 例 13	比 較 例 6	比 較 例 7
合 成 雲 母 * 1)		100		100	100
絹 雲 母 * 2)			100		
ペントナイト					
P ₂ O ₅ 41.2モル%, Na ₂ O 51.8モル%, B ₂ O ₃ 7モル%				160	
P ₂ O ₅ 41.2モル%, K ₂ O 12.5モル%, Na ₂ O 39.3モル%, B ₂ O ₃ 7モル%					100
P ₂ O ₅ 15モル%; K ₂ O 26モル%, B ₂ O ₃ 59モル%	100				
P ₂ O ₅ 45モル%, K ₂ O 30モル%, B ₂ O ₃ 25モル%			140		

* 1), * 2), * 3) は第 1 表と同様である。